

熱分解-GC/MSによるゴムの分析 - 検出器分岐システムのご紹介 -

Analysis of Rubber by Pyrolysis-GC/MS
-Introduction of Detector Splitting System-

はじめに

Introduction

島津GC/GCMSアドバンスフローテクノロジーシリーズ（デュアルオープンマルチディメンショナル、バックフラッシュ、ハートカット、検出器分岐、検出器切替）はクロマト分析における有効な手法です。

今回ご紹介します検出器分岐システムは分析カラムの下流で分岐し、複数の検出器に分離成分を送ることにより、一度に複数のクロマトグラムを得ることのできるシステムです。1回の分析で多くの情報が得られ、分析生産性、同定精度の向上が期待できます。

分析カラム出口に専用の素子を接続し、アドバンスプレッシャーコントローラ（APC）を用いてカラム出口の圧力

制御を行い、この後に抵抗管（キャピラリーカラム）により検出器に接続します。

検出器分岐システムをFig. 1に、検出器分岐素子をFig. 2に示します。また、複雑な分析条件を簡単に設定できるソフトウェアを用いてGCsolutionおよびGCMSsolutionのメソッド作成を簡単に行う事ができます。（Fig. 3参照）

今回は検出器1にマススペクトロメータ（MS）、検出器2にイオウ化合物に高感度なFPD(S-mode)を接続し、熱分解-GC/MSによりゴム成分中のイオウ化合物を中心に同定を行った分析例をご紹介します。

S. Ohnishi

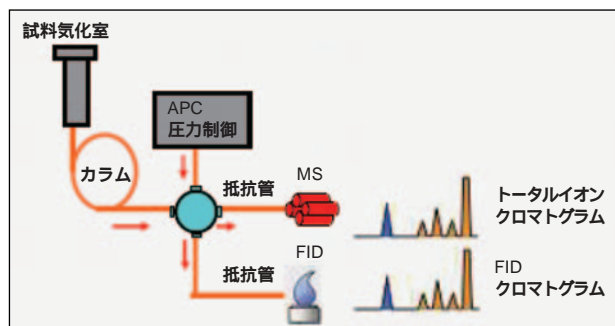


Fig. 1 検出器分岐システム
Detector Splitting System

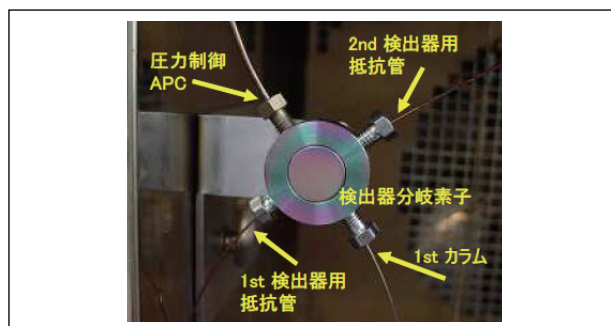


Fig. 2 検出器分岐素子
Detector Splitting Device

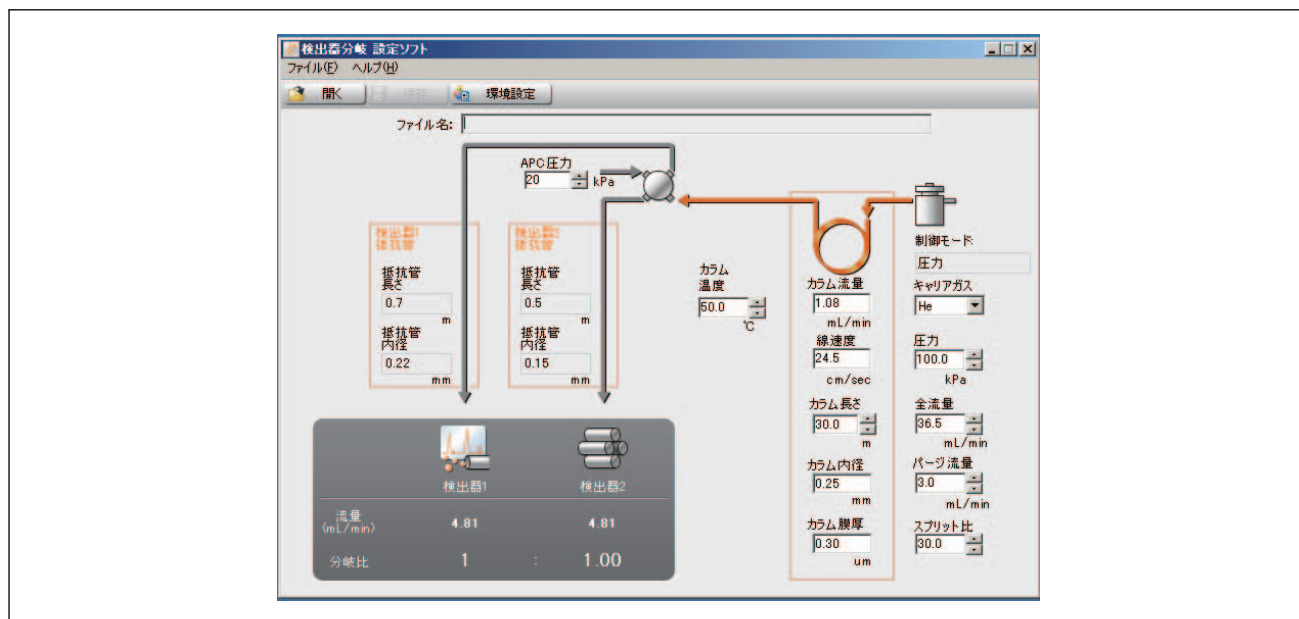


Fig. 3 検出器分岐ソフト
Detector Splitting Software

分析例

Analysis

ゴム製品で使用される加硫剤，加硫促進剤は加硫反応の際にゴム中で分解や反応するために，原料構造そのものを捕らえることは不可能です。したがってこれらの定性分析には分解生成物を検出できる熱分解-GC/MS法が利用されます。

前処理なしに簡便に分析できる方法ですが，ゴムの主成分である炭化水素由来成分が多量に出現する為にイオウ化合物の検出が難しくなります。一方FPD (S-mode) 検出器はイオウ化合物を選択的に高感度で検出できます。FPDで得られたピークをMSで定性を行った例を報告します。

ゴム試料 0.5 mg を瞬間熱分解 (600 °C) し，キャピラリーカラムにより分離を行い，検出器分岐システムによりMSとFPD(S)の同時分析を行いました。Fig. 4にMSから得られたトータルイオンクロマトグラムを，Fig. 5にFPD(S-mode)クロマトグラムをそれぞれ示します。MSから得られたトータルイオンクロマトグラムではイオウ化合物としてBenzothiazole (C₇H₅NS) のみが検出されています。一方，FPDクロマトグラムでは多数のピーク (S化合物) が得られています。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010 Plus	
-PY-	: PY-2020iD (Frontier Laboratories,Ltd)	
Py.Temp.	: 600 °C	
-GC-		
Column	: Rtx-5MS (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 μm)	
Col.Temp.	: 40 °C (3 min)-8 °C/min-320 °C (4 min)	
Carrier Gas	: He, 47.6 cm/sec	
Carrier Gas Mode	: Constant Linear Velocity Mode	
Inj.Temp.	: 300 °C	
Injection Method	: Split Injection	
Split Ratio	: 20 : 1	
Sample Amount	: 0.5 mg	
-Det1:MS-	-Det2:FPD(S)-	
I.F. Temp.	: 300 °C	Det.Temp. : 320 °C
I.S. Temp.	: 230 °C	H ₂ Gas : 60 mL/min
Ionization	: EI	Air Gas : 70 mL/min
Scan Range	: m/z 20-500	
Scan Interval	: 0.2 sec	

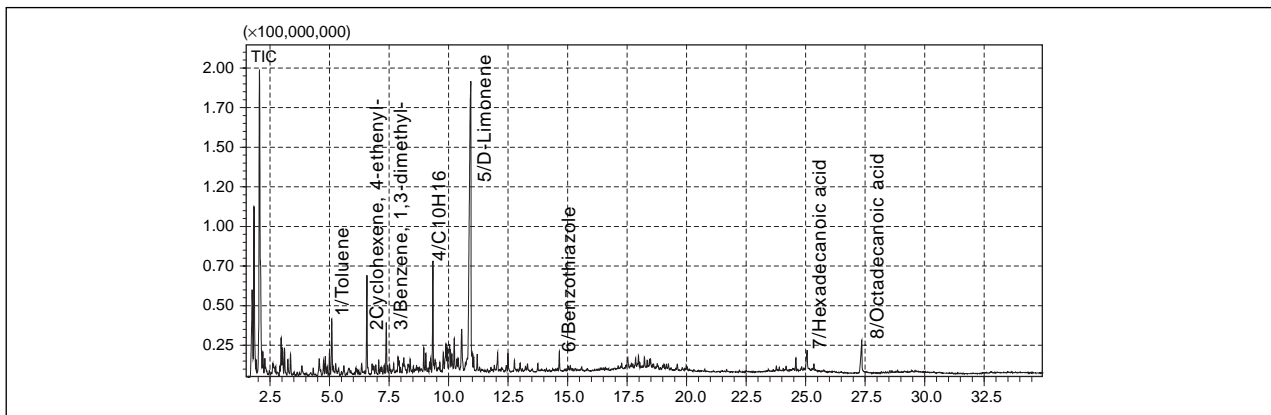


Fig. 4 トータルイオンクロマトグラム
Total Ion Chromatogram

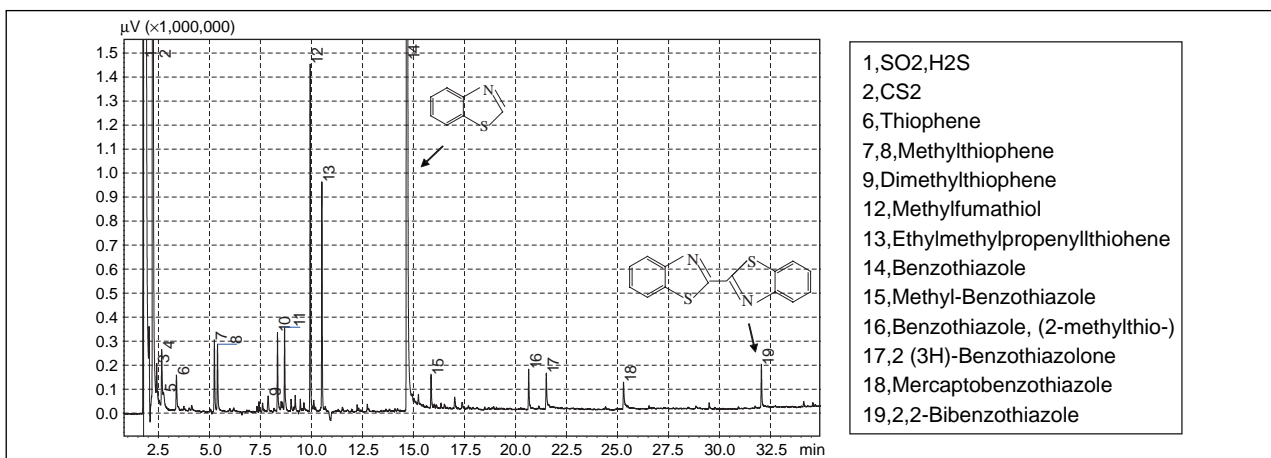


Fig. 5 FPD(S)クロマトグラム
FPD(S) Chromatogram

まとめ

Conclusion

1回の分析にて多くの情報が得られる本システムは，コストや時間を節約できる上に，選択性検出器の使用によ

り同定精度の向上が期待できるシステムです。

初版発行：2010年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎0120-131691(携帯電話不可)
●携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。